

BREVET D'INVENTAGE

W 1.000.730

4 h PROPERTY MINUSTRALLS

Neuvonnes esters de l'acide thiophespherique et lour precidé de production.
Soulde dite : FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT etaideet en
Allemagne.

Demandé le 8 février 1954, à 14° 4°, à Parla.

Délivre le 24 novembre 1954. — Publié le 9 mai 1955.

(Demanda de brevet déparée en Allemagne le 9 février 1953, sus nom de Spriété dite : FARRENFARRIKEN BAVER.)

La société demandereus a fronté qu'on oblient : des mouveux enters de l'acide thisphasphorique en faisant réagir des composés de formule :

1 1214 halop re

Dans laquelle les symboles. \ remplacent COou SO_P et R signific un radical organique — en
présence d'un solvant inerte, avec des sels des
reides distroykhies ou dithiophosphoriques à des
températures élevées, par exemple à des températues comprises entre environ 25 à 60 °C. Comme
elévants convenant pour le luit envisage se sont
révélées particulièrement indiquées des cétones.

Le redical organique R indiqué dans la formule ci-dessita: peut faire, partie de la série aliphatique, aromatique ou bétérocyclique. Les compusés halogénométhyle mis en œuvre dans outre réaction peuvent être préparés à partir des composts anyméthyle currespondants au moyen d'agents de chloruration, tels par exemple PCIs. PCIs. Piles et SOCIs.

La marche de la réaction est illustrée par l'exemple suivant ;

Souther source and the source of the source

Les mouveaux esters se présentent en partie sous forme de composée cristallins, en partie sous forme d'huites de consistance épaisse qui ne sont pas distillables. Ils possèdent une bonne activité inserticide et sont par conséquent destinés à être utilisée comme agents antiparasitaires.

Exemple 1, --- 42 g (0,2 mol e de 0,0 diethy lthisphosphoto de patassium sont discom dans 160 cm² d'acctour. A la solution sont ajvitée genite à goutte à une température comprise entre 25 et 30 °C. 48 g (0,2 mol) de N-bromomishy lphtalimitée que l'un a discour dans 100 cm² d'acctour. Le solunge réactionnel est agité envore 30 minutes, pulsoversé dans de l'aux et l'huite obsessée est reprise par du braisème. Après avoir épuisé la solution housemique par lavage gror de l'eau or la fait aéchay sur du sulfate de sodium et un châme le solvent par distillation dans le vide. Le 0,0 dictivit 8-sphialiminosmithy lythiolphisiphate es soliditée et land à 71 °C. Rendement : 32 g:

Example 2.— 35 g de 0 (b-dimethylthiophisiphate d'ammorphin nont dimons dans 150 cm² d'acétale. A la solution sont ajoutés goutte a goutte, a une température comprise entre 25 et 30 °C 40 g de N-bromonéthylphialimide en solution dans distrem d'acétone. Le mélange martinguel cet estrore chausée durant 30 minure à 35-60 °C. Après refroidimement, il est versé dans du Feau Le Atitiointhyl-Sephaliminimiethyl behialphophate précipité sous forme d'une huils ne tarde pas à se solidifier. P.F. 74 °C. Rendement : 47%.

Exemple 3. 50 g de Othdim-propolitionhosd'accione et ma a réagir à 2000 °C, comme dévit aux exemples 1 et 2 avec 60 g de Nitromondères phialimide en solution dans 400 cm d'accione. Los fois le réaction acheves le solution est verser du hensère. Après lavage avec de l'eux on fan acher sur du suffaie de seldium. Après avoir chase le solvant par distillation, on ablient le (d) dim-propol Sephialimino methyl) thiolphus phate, sous forme, d'huile qui se solidire à food et fond déjà à la température de la main. Hendement : 53 g.

De manière analogue ere prepere à partir di

Prix du fascicule : 109 francs

 $(-\mathbf{g}_{i})^{*}=(-1)^{i}(-1)^{*}$ 0 · ... The second second second and the state of Later 3 and 220 3 are

100

1.00 rought to the co · Single And A

One billington has Expensed data an ran roan (5) ត់ដ[™]ខាង មាន្យល់ ខាង ដ ing et geme til t er er ab ik tenne tid di stent grift tsi di stent grift er et stent st. Her

r ainin i a gasta dh 🕮 J. Garbandrock e le cycle pagain this car is to middle of the control er en loog tilbreis liges

prid 000 (\$100 ftm) 100 (\$100 ftm) වසු ිසි) ඇම නිප්රියාග భుర్వమ్యద్ధి ఉంది. o designation compains The Course of Chings, core

during Buttern of material in a company of the company constructed durant 2 to a constant remains but Approximation has some for the production of the second of on the graph the constant of the second of t de com von a fra buist it got to 1987 . Mary Commence of the Control of the Control Satter of well the place care from the time

The manifest of dispersion of the control of the co The North of the South of the State of the S the second of th

the expect to be in Negative delling it finished by the color of the control of the color of the dur une luit le camité d'attendéde en chiert 10 คริง อะกุร ๆ ที่สูกเขือเรื่อ โร ซัดตอนโร

dealing white cost the on dee Volera darshore. A la translateure de l'A C en y fait couler confic

r Mercennith Wrates Co. Verido quiesta lous. Apro- "; . It is one sall optionies a factor option and in the late of the same theorem. And a Appropriate of the same

solution do lit go de l'erzier mett précentité et est est espetir outre le filtre à engener, bacteur est commen par distribution of he senting out copies par to married April Person were do bear son last within our discoullate in some the Agree areas the mus in solvent per description of editions AR & the resignose exponential vita too win

In preside two deeps as

1 Provide de producti de la laco Build the pluspher per corners of the cost of de comes es de transfer

dina topo 1. Paratridos Novembra 1995. 40. de 18. medio no polo Paramo Para m s per d'un alkunt in mar et la mar d'un el la resa. L'On de come des milles d'obtende de la combina chajena.

2 Attack probit white a nonof the other standard things and standard and the New rigo enter por la l'occur génerale en งสกก

Time Englished by swinted a X of R one to a bath

Sound for LAMBOAN SERBACK DAVIDA WILL APPROPRIATE

dissepropolitatelphosphate alammonium et de Nebromométhyl phialimide, le Albeligepropylésephatemme methyl) thiolphosphate sous forme d'uns hude granechaix que no montre sucure lensation et que n'est pas dingation.

Therefolds of the description but thinghosters of the arms of the source dans. The emission of the form the persons are pair a 25-30-6 are unresolution de the grave all the arms of the first the following the form the filter and arms of the following the following the filter and arms of the following the filter and are found to be a first that the source part distillation. Appear of the extension of the extension that it is a first of the following part distillation, on the first of the exceptions of the first that into the color of the grapheter of the first dans the fairness of the first dans the first part of the fairness of the first dans of the fairness of the first dans of the fairness of the first dans of the fairness of the fairness

breegle i. It se claide Optanithelithus pholybrat give some cossule states (##) care Carrieries in the or deads of the column of controlled are 21 c de l'infrante de sufficie. A cette sufution uns como ponto à junto, a 2590 C. 10 a de News a method frollinide allegue dans 100 and clustron, la solution en entere agitée durant I bound a D ti, he homore she sedium précipité al course our le litte à suitain et l'action est th till o days a vide. I hallo seeithelboost septim gor on landing large time fels over time adultion to 10 interprio do callium et finitoriant avec de Tour. his s d'anne our du sullate de calium le edvar (4 Chief par di tillation, Le OAtdinathré Septa divino métre balishirfph ephate qui se préecute clabard a local buildus de tarde pas à ec celisitar. P.B. 2000, Rendement : 13 g.

Exemple 6. Of a d'aride \$40-difthyldellioplus passigns cont dissons dans 160 cm³ d'aritone
et la solution e l'acutualisée aver 10 g de bicarius
nate de coellum. A cette "cluttion cont" ajouiés
poutte à poutte, à 23-80 °C, 40 g de Neromoéthyl-fitalitaide qui cont di sons dans 400 cm³
d'aréteur. Apres ogitation de l'houre à la tempé-

tionnel est arbevé comme dérvit à l'exemple 8. On obtient le (M-diéthyl-S-tylhteliminesvichyl)-dithiclplesylhete con , forme d'une huille qui ne terde par à ce solidiere P. F. 63 °C.

De manière analogue en alticut à partir des acides disacropyls on discapropyl-dithiophesphoriques, le O.O.C.-propyl-S-tybtaliminosméthyl)-dithiophesphate cons forme d'une buile jame pâle et le O.O.C.-propyl-S-tybtaliminosméthyl)-dithiolphesphate au point de fusion de 113 °C.

• Recorde 7. - 45 g de 0.0 distribilitation phase de patrecium sont dissouré dons 230 cmº d'arétene. A la schaion sont ajoutés gautte à goute, à 23-30 °C 53.2 g de N-branométivisces harine que l'on

a disseus dans 300 cm² d'autons. Le sellenge réschinand est agité sucres 1 hours à 39-00 °C. Le sel précipité est abjaré sur le filtre à sucrlon, le solvant est séparé par distillation et l'hulle résiduelle est reprise par du benaêne. Ensuite un luve uver de l'eau et l'on fait secher sur du suffate de soldium, Après avoir séparé le heurene par distillation, our obtient le 440-disthyl-90-accharme-metholathiolophisphate sous furue d'une huile visqueuse, paunes l'ext. Rendement : V g.

Length 9. Fry de 110 din ethelit geles de d'ammonium sont dessus dans 100 en est actores. A la solution cont ajoutes grutte à geogre, a 405 lb. U. 101 gele Nelharo affiliste e mode l'Alle, chim. Actor le 100 (100), que l'on a dessus de 200 cm d'actores. Le melance realisancé est chautle durant 2 hours a 4050 (U. 100 agra à la troupe. Contone est séparé par l'ou agra à la troupe. Contone est séparés par l'alle la color séparé de sidio est repris par du bandone. Pare el l'actore sur du affate de solium, en est recontra par distillation et en obtina est en figure el actore thele 8 en maintaire méthélatic fight spirit en un forme d'une trule herso d'une trule de soliume.

Exemple 10. 43 p dp 0.0 dk ihv ii hajbe j has d'ammonium sont de mus dans 160 cm? d'accèrno. A la solution sont ojoutés noutie a genite, à 15 f 29 q de Neshiozemi ibri inclininfic en mérita dans 200 cm? d'accèrne. Après i issue d'einilition, le chlorure d'ammonium e 1 cm mérit sur la filtre à survion et le traitement est achevé comme d'evit à l'exemple 9 pour l'est a diministration. Con tour l'est à l'exemple 9 pour l'est a diministration et a thiolphe-phate. L'externéest pur draille le conduite dons l'esu.

De manière analogue en chiego à gantir de di nepropyl et dise-lantylibilisation phate d'une maillan et de Nebharomethyl- executionale, le 00ch negraça. Samarimimo-mathyl)-thirighte phate et le 0,00ch n-butyl-S e tence inimine, natibyl) e thirighte-phate sons forme d'huiles er lordes en rouge fram in de lables dans Form.

Example 11. 30 g d'acide (40 d'initiball'ille), phisphorique suct dissure dans 160 and d'actuar et la solution est neutralisée acce 80 a de l'institute de sudium. A une trupérature computer entre 40 et 30 % en ajeute gantin à quite une

medications of about the form of the section of the

A Comment of the Comm

De man

...